

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

BEST AVAILABLE COPYDeutsches Patent- und Markenamt · 80297 München

Aktenzeichen: 103 09 957.3 - 611
 Ihr Zeichen: 020353 RS
 Anmeldernr.: 12124141
 Degussa AG

Degussa AG
 Intellectual Property Management
 Patente und Marken
 Standort Hanau
 Postfach 1345

63403 Hanau

Eingang bei Intellectual Property Management
Bitte Aktenzeichen und Anmelder/Inhaber bei allen Eingaben und Zahlungen angeben!
Zutreffendes ist angekreuzt <input checked="" type="checkbox"/> und/oder ausgefüllt
Stempel 10.10.03

Prüfungsantrag, Einzahlungstag am 7. März 2003

Eingabe vom

eingegangen am

F: 22. April 2004
 not. 2e

Die Prüfung der oben genannten Patentanmeldung hat zu dem nachstehenden Ergebnis geführt.

Zur Äußerung wird eine Frist von

sechs Monat(en)

gewährt, die mit der Zustellung beginnt.

Für Unterlagen, die der Äußerung gegebenenfalls beigelegt werden (z. B. Beschreibung, Beschreibungsteile, Patentansprüche, Zeichnungen), sind je zwei Ausfertigungen auf gesonderten Blättern erforderlich. Die Äußerung selbst wird nur in einfacher Ausfertigung benötigt.

Werden die Beschreibung, die Patentansprüche oder die Zeichnungen im Laufe des Verfahrens geändert, so hat der Anmelder, sofern die Änderungen nicht vom Patent- und Markenamt vorgeschlagen sind, im Einzelnen anzugeben, an welcher Stelle die in den neuen Unterlagen beschriebenen Erfindungsmerkmale in den ursprünglichen Unterlagen offenbart sind.

☒ In diesem Bescheid sind folgende Entgegenhaltungen erstmalig genannt (bei deren Nummerierung gilt diese auch für das weitere Vorhaben):

Hinweis auf die Möglichkeit der Gebrauchsmusterabzweigung

Der Anmelder einer mit Wirkung für die Bundesrepublik Deutschland eingereichten Patentanmeldung kann eine Gebrauchsmusteranmeldung, die den gleichen Gegenstand betrifft, einreichen und gleichzeitig den Anmeldetag der früheren Patentanmeldung in Anspruch nehmen. Diese Abzweigung (§ 5 Gebrauchsmustergesetz) ist bis zum Ablauf von 2 Monaten nach dem Ende des Monats möglich, in dem die Patentanmeldung durch rechtskräftige Zurückweisung, freiwillige Rücknahme oder Rücknahmefiktion erledigt, ein Einspruchsverfahren abgeschlossen oder - im Falle der Erteilung des Patents - die Frist für die Beschwerde gegen den Erteilungsbeschluss fruchtlos verstrichen ist. Ausführliche Informationen über die Erfordernisse einer Gebrauchsmusteranmeldung, einschließlich der Abzweigung, enthält das Merkblatt für Gebrauchsmusteranmelder (G 6181), welches kostenlos beim Patent- und Markenamt und den Patentinformationszentren erhältlich ist.

**Annahmestelle und
 Nachtbriefkasten
 nur
 Zweibrückenstraße 12**

Hauptgebäude:
 Zweibrückenstraße 12
 Zweibrückenstraße 5-7 (Breiterhof)
Markenabteilungen:
 Cincinnatistraße 64
 81534 München

Hausadresse (für Fracht):
 Deutsches Patent- und Markenamt
 Zweibrückenstraße 12
 80331 München

Telefon: (089) 2195-0
Telefax: (089) 2195-2221
Internet: <http://www.dpma.de>

Bank:
 Bk München
 Kto.Nr.: 700 010 54
 BLZ: 700 000 00



(1) DE 101 45 860 A1 (Stand der Technik gemäß §3 (2))

I

Die vorliegenden Patentanmeldung ist zunächst formal zu beanstanden.

So bestehen seitens der Prüfungsstelle erhebliche Bedenken bezüglich der Einheitlichkeit der vorliegenden Patentanmeldung.

Diese betrifft fünf (sieben?) Gegenstände, nämlich:

- a) ein Verfahren zur Herstellung von Rußperlen (Anspruch 1),
- b1) Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl größer als 100 ml/100 g und eine
- b2) Ölabsorptionszahl von gepresstem Ruß größer als 78 ml/100 g (Anspruch 2),
- c1) Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl kleiner als 90 ml/100 g und eine
- c2) Ölabsorptionszahl von gepresstem Ruß kleiner als 78 ml/100 g (Anspruch 3),
- d) die Verwendung der Rußperlen gemäß Anspruch 2 oder 3 (Anspruch 4) und
- e) Kautschukmischungen (Anspruch 5).

Somit werden mit a) bis e) fünf (sieben?) voneinander unabhängige Erfindungen beansprucht, die nicht durch eine allgemeine erfinderische Idee verbunden sind, da ihnen verschiedene Aufgabenstellungen zugrunde liegen.

Nach §34 (5) PatG darf eine Anmeldung nur eine einzige Erfindung enthalten oder eine Gruppe von Erfindungen, die untereinander in der Weise verbunden sind, dass sie eine einzige allgemeine erfinderische Idee verwirklichen. Da es sich jedoch bei a) um ein Verfahren zur Herstellung von Rußperlen, bei b) bis e) hingegen um Rußperlen, deren Verwendung und Kautschukmischungen handelt, welche durch eigenständige Merkmale gekennzeichnet sind, kann ein gemeinsamer erfinderischer Gedanke hierin nicht gesehen werden.

Es ist daher notwendig, die Einheitlichkeit der Anmeldung durch Ausscheidung oder Streichung der geltenden Ansprüche 2 bis 5 herzustellen.

Sollte es sich allerdings bei den gemäß der Ansprüche 2 und 3 beanspruchten Rußperlen um solche handeln, welche nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1 hergestellt werden, wäre die Einheitlichkeit in Bezug auf die Ansprüche 1 bis 4 gegeben.

In diesem Fall wäre aber anzumerken, dass gemäß der Ansprüche 2 und 3 jeweils sowohl Rußperlen als auch eine Ölabsorptionszahl (von gepresstem Ruß) beansprucht wird. Eine Ölabsorptionszahl stellt nun aber eine physikalische Größe dar, welche gemäß §1 PatG nicht patentfähig ist, da diese weder ein *Erzeugnis*, noch ein *Verfahren* oder eine *Verwendung* darstellt (s Schulte „Patentgesetz“, 6. Aufl, §1, Rdn 123ff).

Die geltenden Ansprüche 2 und 3 wären bereits aus diesem Grund nicht gewährbar.

II

Aus (1) ist ein Verfahren zur Herstellung von Rußperlen bekannt, bei dem in einem Ringschichtmischgranulator die Einspeismenge an unverperltem Ruß konstant gehalten wird und über zwei bis fünf - also auch vier - einlaufsnah angeordnete Düsen Perlwasser eingedüst wird (s (1), insbes A 4 iVm S 3, Ze 14 u 15, Tab 2 u S 3, Zn 41 u 42). Die Düsen können dabei in einer Ebene senkrecht zur Stachelwelle angeordnet sein, wodurch der Sprühkegel einen Winkel in der Strömungsrichtung des Rußes von 90° zu dieser einnimmt (s (1), insbes S 3, Zn 26 - 28).

Demgegenüber unterschiedlich ist nun lediglich, dass anmeldungsgemäß der Druck des Wassers an den Düsen drei bis fünf bar beträgt.

Die bloße Angabe dieses Wertes kann allerdings die Neuheit des anmeldungsgemäßen Verfahrens gegenüber (1) nicht begründen, da die Angabe eines Vordruckes an einer Düse keine Aussagekraft hat, wenn die Düsenspezifikationen unbekannt sind, wie es bei der hier vorliegenden Patentanmeldung der Fall ist.

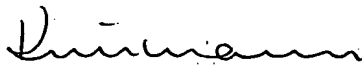
BEST AVAILABLE COPY

Darüber hinaus müssen Sprühdüsen - also auch jene gemäß (1) - immer mit einem Überdruck gegenüber ihrer Umgebung betrieben werden, damit sich überhaupt ein Sprühkegel ausbilden kann.

Der geltende Anspruch 1 erscheint somit mangels Neuheit seines Gegenstandes gegenüber der Druckschrift (1) nicht gewährbar.

Mit den vorliegenden Unterlagen ist eine Patenterteilung nicht möglich.

Prüfungsstelle für Klasse C09C



Dr.-Ing. R. Knümann

Hausruf: 4205


Anlage:

Abl. der Entgeghaltung (1)

Pigmentary Carbon Black Composition

Patent number: DE10145860
Publication date: 2003-04-10
Inventor: KARL ALFONS (DE)
Applicant: DEGUSSA (DE)
Classification:
- **international:** C09C1/58; C04B14/02
- **european:** C09C1/58
Application number: DE20011045860 20010918
Priority number(s): DE20011045860 20010918

Also published as:

 EP1293543 (A1)

Abstract not available for DE10145860

Abstract of correspondent: **EP1293543**

Carbon black pigment preparations (I) in the form of beads containing carbon black and wetting agent(s). In the preparation, the total bead hardness is more than 35 kg, the single bead hardness for the 1.4-1.7 mm fraction is more than 100 g, the proportion of beads with a diameter of at least 1 mm is more than 50% and the water content is more than 2%.

An Independent claim is also included for a method for the production of (I) by mixing carbon black and wetting agent in an annular-film mixer-granulator and then drying the mixture.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 101 45 860 A 1**

⑤① Int. Cl.⁷:
C 09 C 1/58
C 04 B 14/02

②① Aktenzeichen: 101 45 860.6
②② Anmeldetag: 18. 9. 2001
④③ Offenlegungstag: 10. 4. 2003

⑦① Anmelder:
Degussa AG, 40474 Düsseldorf, DE

⑦② Erfinder:
Karl, Alfons, Dr., 63584 Gründau, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
DE 197 56 501 A1
DE 694 17 486 T2
US 58 74 706 A
EP 08 02 241 A2

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Pigmentrusspräparationen

⑤⑦ Die Erfindung betrifft perlförmige Pigmentrusspräparationen, die mindestens einen Ruß und mindestens ein Netzmittel enthalten, bei denen die Gesamtperlhärte 35 kg, die Einzelperlhärte der 1,4-1,7 mm Perlfraction größer 100 g, der Anteil der Perlen mit Durchmesser ≥ 1 mm größer 50% und der Wassergehalt größer 2% ist.

DE 101 45 860 A 1

DE 101 45 860 A 1

[0001] Die Erfindung betrifft perl förmige Pigmentrußpräparationen, ein Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung.

5 [0002] Es ist allgemein üblich, mineralische Bindemittelsysteme mit Pigmentrußpräparationen einzufärben.

[0003] Aus DE 197 04 943 sind anorganische Pigmentgranulate bekannt, wobei die Granulate ein oder mehrere anorganische Pigmente und ein oder mehrere wasserlösliche, hydrophile oder hydrophob/hydrophile, bei 25°C flüssige Hilfsmittel oder bei 25°C flüssige Mischungen von wasserlöslichen, hydrophilen oder hydrophob/hydrophilen Hilfsmitteln in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf Pigment, enthalten, sowie eine durchschnittliche Teilchengröße von 50 bis 1500 µm, ein Schüttgewicht von 0,3 bis 1,8 g/cm³ und einen Wassergehalt von ≤ 2 Gew.-%, bezogen auf das Pigment aufweisen.

[0004] Die bekannten Granulate sind anorganische, kompaktierte Pigmentgranulate mit einem mittleren Durchmesser von 50 bis 1.000 µm, einem Wassergehalt von höchstens 3 Gew.-%, bezogen auf Pigment, und einer Schüttdichte von 0,2 bis 1,8 g/cm³, bestehend aus den entsprechenden technischen, anorganischen Pigmentpulvern und Hilfsmitteln aus den folgenden Gruppen a) bis c)

- a) Polyalkylenglykole mit einem Molekulargewicht von < 2000 und Alkylen = Ethylen oder Propylen;
- b) Ligninsulfonaten und
- c) Celluloseether mit einer Viskosität von < 1000 mPa · s in 2 gew.-%iger wäßriger Lösung bei 20°C,

20 in einer Menge von 0,1 bis 4 Gew.-% je Hilfsmittel, bezogen auf Pigment, wobei die Gesamtmenge an Hilfsmitteln 0,5 bis 5 Gew.-% nicht übersteigen soll, und wobei mindestens ein Hilfsmittel flüssig ist und aus Gruppe a) stammt und mindestens ein weiteres Hilfsmittel aus Gruppe b) oder c) stammt (DE 197 06 899), bekannt.

[0005] Es ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung von anorganischen Pigmentgranulaten und anorganischen Füllstoffgranulaten bekannt, die aus einem oder mehreren Pigmenten oder Füllstoffen und einem oder mehreren anorganischen Bindemitteln bestehen und einen Wassergehalt von nicht mehr als 5 Gew.-% aufweisen und deren Teilchendurchmesser zwischen 100 µm und 2 mm liegt. Sie werden hergestellt, indem man zu einer wäßrigen Pigment- oder Füllstoffsuspension ein Salz als Bindemittel und zusätzlich ein organisches oder metallorganisches Verflüssigungsmittel zufügt und anschließend diese Suspension zu Granulaten aufarbeitet, wobei man das organische Verflüssigungsmittel, beziehungsweise den organischen Anteil im metallorganischen Verflüssigungsmittel thermisch zersetzt, ohne daß organische Reste im Granulat zurückbleiben (DE 196 32 928).

[0006] Aus EP 0 802 241 ist ein Verfahren zur Herstellung von Preß- oder Brikettiergranulaten aus Rußpigmenten mit Hilfsmitteln bekannt, bei dem

- 35 – ein oder mehrere Rußpigmente mit einem oder mehreren die Verarbeitbarkeit fördernden Hilfsmitteln vermischt werden,
- diese Mischung einem Preß- oder Brikettierschritt unterworfen wird,
- dieses gepreßte oder brikettierte Produkt zerkleinert wird,
- das zerkleinerte Produkt in zwei oder mehrere Fraktionen aufgetrennt wird,
- 40 – die Fraktion, in der mindestens 85% der Teilchen größer 80 µm sind oder zwischen 80 und 2000 µm liegen, als Produkt entnommen wird und gegebenenfalls in einem weiteren Schritt gerundet wird, die andere Fraktion beziehungsweise Fraktionen aus dem Prozeß ausgeschleust oder zurückgeführt werden.

[0007] Ein Nachteil der bekannten Pigmentrußpräparationen ist die niedrige Zementfarbstärke.

45 [0008] Es besteht somit die Aufgabe, Pigmentrußpräparationen mit verbesserter Zementfarbstärke herzustellen.

[0009] Gegenstand der Erfindung sind perl förmige Pigmentrußpräparationen, die mindestens einen Ruß und mindestens ein Netzmittel enthalten, welche dadurch gekennzeichnet sind, daß die Gesamtperlhärte größer 35 kg, vorzugsweise größer 40 kg, die Einzelperlhärte der 1,4–1,7 mm Perlfraction größer 100 g, vorzugsweise größer 150 g, der Anteil der Perlen mit Durchmesser ≥ 1 mm größer 50%, vorzugsweise größer 60%, und der Wassergehalt größer 2%, vorzugsweise größer 3,0%, ist.

[0010] Der mittlere Teilchendurchmesser kann größer 1 mm, vorzugsweise größer 1,2 mm, sein.

[0011] Als Ruße können Flamm-, Gas-, Channel- und Furnaceruße, vorzugsweise Printex® G, Flammruß 101, Printex® 3, Printex® 30, Printex® 300 der Firma Degussa AG, eingesetzt werden.

[0012] Als Netzmittel können alle nichtionische oder anionische Netzmittel, beispielsweise vernetzte Polyoxyethylenacrylsäure, Fettalkoholoxethylate, Nonylphenolpolyglycolether, Polyvinylpyrrolidon, Glycerolfettsäureester, Propylen glykolfettsäureester, Sorbitanfettsäureester, Polyoxyethylensorbitanfettsäureester, Tetraoleinsäurepolyoxyethylensorbitol, Polyoxyethylenalkylether, Polyoxyethylenalkylphenylether, Polyoxyethylenpolyoxypropylenglykol, Polyoxyethylenpolyoxypropylenalkylether, Polyethylenglykolfettsäureester, höhere Fettsäurealkoholester, Polyhydricalkoholfettsäureester, Alkoholalkoxylate, Fettalkoholpolyglycolether, Ligninsulfonate, Alkylphenolpolyglykolether, Naphthalinsulfonsäurederivate, eingesetzt werden. Vorzugsweise kann als Netzmittel ein Natriumsalz eines Polykondensates aus Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd eingesetzt werden. Das Netzmittel kann in einer Menge von 2–20%, vorzugsweise 3–12%, bezogen auf das Endprodukt zugegeben werden. Die Schüttdichte kann größer 500 g/l, vorzugsweise größer 550 g/l, sein.

[0013] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der perl förmigen Pigmentrußpräparation, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man Ruß und Netzmittel in einem Ringschichtmischgranulator mischt und anschließend trocknet. Das Netzmittel kann man dem Perlwasser zugeben.

[0014] Der Ruß kann mittels einer gravimetrischen Pulverdosisierung dem Ringschichtmischgranulator zugeführt und durch eine Stachelwelle zum Ausgang transportiert werden (Fig. 1). Das Netzmittel kann man nach einer volumetrischen

oder gravimetrischen Dosierung durch eine oder mehrere Düsen an einer oder mehreren Düsenpositionen eindüsen. Die Mischtemperatur kann 60° bis 140°C, vorzugsweise 80° bis 120°C, betragen. Die Drehzahl kann in dem Bereich von 100 bis 1500 UpM, vorzugsweise 100 bis 1000 UpM, variieren. Der Rußdurchsatz kann von 10 bis 150 kg/h, vorzugsweise 20 bis 80 kg/h, variieren. Der Rußdurchsatz für eine Produktionsanlage kann von 0,5 bis 1,5 t/h variieren. Die Umfangsgeschwindigkeit der Stachelspitzen kann zwischen 1 und 30 m/s, vorzugsweise zwischen 10 und 20 m/s, betragen. Die Verweilzeit des Rußes in dem Ringschichtmischgranulator kann zwischen 20 und 600 Sekunden betragen.

[0015] Neben der Art der Verdüsung des Netzmittels ist auch der Ort der Verdüsung von wesentlichem Einfluß auf die Qualität der sich bildenden Präparation.

[0016] Der Ringschichtmischgranulator besteht aus einem liegend angeordneten, feststehenden Rohr (Stator) mit einer sich darin drehenden Stachelwelle. Der Ringschichtmischgranulator besitzt gewöhnlich einen Einlaufbereich, in dem der Ausgangsruß dem Ringschichtmischgranulator zugeführt wird. In diesem Bereich befindet sich eine Förderschnecke, die dem zugeführten Füllstoff eine Bewegungskomponente in axialer Richtung aufträgt. An den Einlaufbereich schließt sich der eigentliche Perlbereich an, in dem der Füllstoff durch mechanische Einwirkung der sich drehenden Stacheln und durch Abrollen an der Innenwand des Stators agglomeriert. Nach Verlassen des Perlbereiches gelangt der nun schon perlformige Ruß in den Auslaufbereich und wird aus dem Ringschichtmischgranulator kontinuierlich ausgeschleust.

[0017] Je nach Konstruktion des Ringschichtmischgranulators können die einzelnen Bereiche des Ringschichtmischgranulators unterschiedliche Größen aufweisen. In jedem Fall sollten Einlauf- und Auslaufbereich zu Gunsten des Perlbereiches möglichst klein gehalten werden. Nach Eintritt des pulverförmigen Ausgangsfüllstoffes in den Perlbereich beginnt die Agglomeration des Rußes und ist am Ende dieses Bereiches abgeschlossen. Um eine möglichst homogene Verteilung des Netzmittels über den gesamten Querschnitt der Rußperlen zu erhalten, kann es erforderlich sein, das Netzmittel im ersten Drittel des Perlbereiches über den Ruß zu verdüsen. Die Einbringung des Netzmittels in einem späteren Stadium der Perlbildung kann zu einem inhomogenen Aufbau der Rußperlen und damit zu einer verringerten Perlhärte führen.

[0018] Eine weitere Verbesserung der Homogenität der Einmischung des Netzmittels in den Ruß kann man erhalten, wenn zur Verdüsung mehrere Sprühdüsen eingesetzt werden, die in einer Ebene senkrecht zur Stachelwelle am Umfang des Stators verteilt sind. Die Zahl der Düsen kann zweckmäßiger Weise auf zwei bis fünf begrenzt werden. Die Düsen können dabei in einer Ebene senkrecht zur Stachelwelle angeordnet werden, um eine gute Homogenität der Einmischung zu gewährleisten.

[0019] Durch den geringen Abstand der Stachelspitzen zur Innenwand des Stators können Ablagerungen weitgehendst vermieden werden. Dadurch kann eine homogenere Verteilung des Netzmittels auf dem Füllstoff erfolgen.

[0020] Die erfindungsgemäßen perlförmigen Pigmentrußpräparationen können zum Einfärben von Zement, Beton, beispielsweise Mörteln, Estrichen, Terrazzoplatten oder ähnlich dünnflüssigen Systemen, oder Papier verwendet werden.

[0021] Vorteile des erfindungsgemäßen Stoffes ist eine bessere Farbstärke im Zement.

[0022] Fig. 1 Schematische Darstellung des Ringschichtmischgranulators.

[0023] Der Aufbau eines Ringschichtmischgranulator ist schematisch in Fig. 1 dargestellt. Der Ringschichtmischgranulator besteht aus einem liegend angeordneten feststehenden Rohr 1, dem Stator, und einer darin axial angeordneten sich drehenden Stachelwelle 2 mit den wendelförmig angeordneten Stacheln 3. Zwischen der Stachelwelle 2 und dem Stator 1 befindet sich der Perlraum des Ringschichtmischgranulator. Der Ruß wird dem Granulator am Einlauf 5 zugeführt. Im Bereich des Einlaufs befindet sich auf der Stachelwelle eine Förderschnecke 6, die den Füllstoff in axialer Richtung zum Auslauf 7 fördert. Der Stator 1 ist doppelwandig ausgeführt und erlaubt die Temperierung der Statorwandung mit Hilfe einer Flüssigkeit 8. Im ersten Drittel des Perlbereiches des Stators befinden sich auf seiner Oberseite Durchgangsbohrungen, durch die Sprühdüsen 9 für die Zugabe des Netzmittels eingeführt werden.

Beispiele

[0024] Als Ausgangsruß wird ein Printex® G, ein Flammruß 101, Printex® 300, Printex® 30 und ein Printex® 3 verwendet (Tabelle 1). Die Ruße sind Handelsprodukte der Degussa AG.

Tabelle 1

		Printex® G	Flammruß 101	Printex® 3	Printex® 30	Printex® 300
Jodzahl	mg/g	37,5	33,4	88,9	85,5	89,2
CTAB	m ² /g	37,1	18,9	82,5	74,4	84,3
DBP	ml/100g	93,8	112,0	121,9	105,1	68,5
Asche	%	0,1	0,02	0,08	0,1	0,2
Flüchtige 950°C	%	0,56	0,86	1,14	1,3	0,6

[0025] Die rußanalytischen Kenndaten der Ruße werden nach den folgenden Normen ermittelt:
CTAB-Oberfläche: ASTM D-3765
Jod-Zahl: ASTM D-1510

DBP-Absorption: ASTM D-2414

Perlabrieb: ASTM D-1508

Fines: DIN 53 583

Asche: DIN 53 586

5 Flüchtige 950°C: DIN 53 552

Schüttdichte: DIN 53 600

Gesamtperlhärte: ASTM-D-1937

Einzelperlhärte: DIN 53 603

Perlverteilung: ASTM D-1511

10 [0026] Die Ausgangsrübe werden mit dem in Tabelle 2 dargestellten Einstellparametern verperlt.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 2: Einstellparameter am Ringschichtmischgranulator

Ausgangsruß Printex® G		Ausgangsruß Flammruß 101		Ausgangs- ruß Printex® 3	Ausgangsruß Printex® 30				Ausgangsruß Printex® 300		
B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10	B11	
Rußmenge kg/h	24	23	22	21	20	36	40	40	20	20	
Granulator											
Drehzahl UpM	1300	1300	1300	1300	827	1200	1400	1180	890	1245	
Neigung Grad	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
Temperatur °C	100	100	100	100	110	110	115	112	110	110	
Trocken- schrank °C	100	100	100	100	120	100	120	120	120	120	
Additiv (Netzmittel)	Tamol	Tamol	Tamol	Tamol	Tamol	Tamol	Vanisperse	Tamol	Tamol	Tamol	
Menge l/h	20	20	20	20	7,8	30	32,4	2	4,5	3,2	
Temperatur °C	70	70	70	70	50	50	50	50	50	50	
Zerstäuberluft m³	2	2	2	2	0	0	0	0	0	0	
Düse	1,2 mm Zweistoff	1,2 mm Zweistoff	1,2 mm Zweistoff	1,2 mm Zweistoff	0,8 mm Einstoff	1,3 mm Einstoff	1,3 mm Einstoff	0,8 mm Einstoff	0,8 mm Einstoff	0,8 mm Einstoff	

Tabelle 3: Analytische Daten der Präparationen

	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10	B11
Jodzahl [mg/g]	27,6	25	17,3	15,1	52,0	52,7	53,5	50,3	48,5	51,7	49,2
Asche [%]	1,49	1,32	1,44	2,34	3,0	2,76	1,47	3,09	3,9	2,8	3,12
Flüchtige 105 °C [%] (= Wassergehalt)	3,34	3,02	3,59	3,63	5,91	4,76	3,1	5,63	6,82	6,97	5,50
Fines 2 min [%]	0,4	0,2	0,4	0,6	5,7	0,4	0,5	0,4	0,4	0,3	0,2
Abrieb [%]	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,2	0,7	0,11	0,04	0,13	0,06
Gesamtperlhärte [kg]	>41	>41	>41	>41	>41	>41	>41	>41	>41	>41	>41
Schüttdichte [g/l]	588	576	568	580	410	505	485	500	510	495	520
Einzelperlhärte 1,4-1,7 mm											
Mittelwert x 20 [g]	>300	169,8	160,5	>300	108,7	129,7	125,1	172,7	165,8	154,8	176,8
5 härteste Perlen [g]		286,5	247,5		129,2	135,6	151,5	273,9	267,7	253,4	220,2
Min. Härte [g]		10,9	19,3		17,8	121,6	106,9	20,2	10,4	34,6	6,8
Max. Härte [g]		290	262,5		196,6	138,3	164,8	288,5	298,4	277,1	295,9
Perlverteilung											
<0,125 mm [%]	0,2	0,1	0,4	0,4	1,2	0,2	0,5	0,4	0,7	0,2	0,25
0,125 - 0,25 mm [%]	1,2	0,1	1,0	1,4	2,8	0,2	0,8	0,7	2,49	1,6	0,79
0,25 - 0,50 mm [%]	3,2	0,6	3,0	3,8	5,7	0,6	3,5	3,09	7,38	5,49	3,18
0,50 - 0,71 mm [%]	4,8	1,6	4,6	5,2	8,9	2,6	10,3	8,96	11,28	7,89	9,78
0,71 - 1,00 mm [%]	13,6	6,4	11,0	13,2	23,0	15,0	27,9	31,87	25,65	22,38	29,38
1,00 - 1,40 mm [%]	43,4	26,4	33,6	35,0	29,4	36,6	30,3	34,16	30,04	36,66	30,99
1,40 - 2,00 mm [%]	31,2	52,6	34,2	32,6	25,8	43,2	26,2	17,33	19,06	23,38	22,73
>2 mm [%]	2,4	12,2	12,2	8,4	3,2	1,6	0,5	3,49	3,39	2,4	3,47
Perlenanteil $\geq 1,0$ mm	77,0	91,2	80,0	76,0	58,4	81,4	57,0	55,0	52,5	62,4	56,7

* Perlen zu hart

[0027] Die analytischen Daten der perl förmigen Pigmentrußpräparationen sind in Tabelle 3 dargestellt.

Bestimmung der Zementfarbstärke

[0028] Die Bestimmung der Zementfarbstärke wird verwendet, um das Potential von Pigmentrußen zur Einfärbung von mineralischen Bindemittelsystemen abschätzen zu können. Hierzu werden Weißzement und Pigmentruß beziehungsweise, Pigmentrußpräparation trocken vorgemischt. Nach der Wasserzugabe wird mit einem einfachen Flügelrührer homogenisiert. Die entstehende Zementpaste wird auf eine Glasplatte aufgetragen und im feuchten Zustand durch die Glasplatte hindurch koloristisch vermessen. 5

[0029] Wie Tabelle 4 zeigt, steigen bei Printex® G (B1) und bei Flammruß 101 (B3) durch den Netzmittelzusatz die Zementfarbstärken sehr stark an. Printex® G in Pulver- oder geperelter Form hat eine Zementfarbstärke von ca. 30%, die netzmittelhaltigen Muster liegen über 500%, das heißt, der Netzmittelzusatz hat die Farbstärke um den Faktor 17 verbessert oder anders ausgedrückt: Von der Präparation Printex® G/Tamol benötigt man nur 1/17 der Menge, um die gleiche Farbtiefe zu erreichen. Bei Flammruß ist der Effekt nicht so stark ausgeprägt. Die Präparation Flammruß 101/Tamol liegt um den Faktor 3 besser als die Pulver-beziehungsweise naßgeperlte Form. Beide Präparationen übertreffen Granufin Carbon D in der Zementfarbstärke. 10 15

[0030] Tabelle 4 zeigt zusätzlich die Betonfarbstärke.

Tabelle 4

Kaloristische Daten

5	Rußtype beziehungsweise Präparation	Tamol-Gehalt in %	Zement- Farbstärke in %	Beton- Farbstärke in %
10	Corasol® B400		100	100
15	Printex® G fluffy	0	33,0	94,9
20	Printex® G/Tamol® B1	4,0	541	145
25	Printex® G/Tamol® B2	4,2	514	97,9
30	Printex® G geperlt	0	29,2	96,2
35	Flammruß 101 fluffy	0	93,0	85,5
40	Flammruß 101 / Tamol® B3	4,3	302	103
45	Flammruß 101 / Tamol® B4	4,5	286	99,0
50	Flammruß 101 geperlt	0	115	92,7
55	Granufin® Carbon D	0	260	160
60				

[0031] Tamol ist ein Netzmittel eines Natriumsalzes eines Polykondensates aus Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd der Firma BASF.

65

Papierherstellung und Einfärbung

[0032] Granufin Carbon D ist eine Rußpräparation der Firma Brockhues.

[0033] Der Papierherstellung liegt folgende Rezeptur zugrunde:

16,6 g Zellstoff (30% Feststoffgehalt)

183,4 g Wasser.

[0034] Zellstoff und Wasser werden mit dem Dissolver bei 2000 UpM für 5 min gemischt. Danach werden

0,3 g Rußpräparation

1 g Harzleim

zugegeben und wiederum mit dem Dissolver bei 2000 UpM für nur 50 sec gerührt. Die Einmischzeit der Rußpräparation beträgt 50 sec. Die Flockung des Rußes erfolgt durch Zugabe von 1,5 g Aluminiumsulfat (ca. 10%ige Lösung in Wasser).

[0035] Im Blattbildner 853 der Firma Frank erfolgt anschließend die Herstellung des in der Masse schwarz eingefärbten Papierblattes.

Koloristische Beurteilung der hergestellten Papiere

[0036] In der Tabelle 5 sind die Ergebnisse der Papiereinfärbungen angegeben. Die optische Dichte kann objektiv mit einem Densitometer bestimmt werden, während die Anzahl der Stippen visuell mit einer Notenskala von 1 bis 6 (1 = keine, 6 = sehr viele) beurteilt wird.

Tabelle 5

	Zusammensetzung		Optische Dichte	Stippen
	Pigmentruß	Netzmittel		
B6	91% Printex® 30	9% Tamol®	125	2-3
B7	94% Printex® 30	6% Vanisperse	127	4-5
B8	91% Printex® 30	9% Tamol®	110	5-6
B9	91% Printex® 30	12% Tamol®	118	3
B10	91% Printex® 30	9% Tamol®	116	4-5
B5	91% Printex® 3	9% Tamol®	122	2
B11	91% Printex® 300	9% Tamol®	77	6

[0037] Printex® 3 stellt das Optimum bezüglich Dispergierbarkeit dar, während Printex® 30 in der optischen Dichte tendenziell besser liegt.

[0038] Vanisperse ergibt eine höhere optische Dichte. Tamol dagegen liefert weniger Stippen.

[0039] Eine Erhöhung des Netzmittelgehaltes bringt keine Dispergiervorteile.

[0040] Eine Verschiebung des Perlmaximums zu größeren Perldurchmesern wirkt sich positiv aus.

Patentansprüche

1. Perlförmige Pigmentrußpräparationen, die mindestens einen Ruß und mindestens ein Netzmittel enthalten, dadurch gekennzeichnet, daß die Gesamtperlhärte größer 35 kg, die Einzelperlhärte der 1,4-1,7 mm Perlfraction größer 100 g, der Anteil der Perlen mit Durchmesser ≥ 1 mm größer 50% und der Wassergehalt größer 2% ist.

2. Perlförmige Pigmentrußpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Netzmittel ein Natriumsalz eines Polykondensates aus Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd eingesetzt wird.

3. Perlförmigen Pigmentrußpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Ruß Printex® G, Flammruß 101, Printex® 3, Printex® 30 oder Printex® 300 verwendet wird.

4. Verfahren zur Herstellung von perlförmigen Pigmentrußpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Ruß und Netzmittel in einem Ringschichtmischgranulator mischt und anschließend trocknet.

5. Verfahren zur Herstellung von perlförmigen Pigmentrußpräparationen nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß man das Netzmittel dem Perlwasser zugibt.

6. Verfahren zur Herstellung von perlförmigen Pigmentrußpräparationen nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet,

daß man zur Verdüsung mehrere Sprühdüsen einsetzt, die in einer Ebene senkrecht zur Stachelwelle am Umfang des Stators verteilt sind.

7. Verwendung der perlformigen Pigmentrußpräparationen nach Anspruch 1 zum Einfärben von Zement, Beton und Papier.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65